

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-097601

(43)Date of publication of application : 07.05.1987

(51)Int.Cl.

B01D 3/38
C08F 6/00

(21)Application number : 60-234873

(71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 21.10.1985

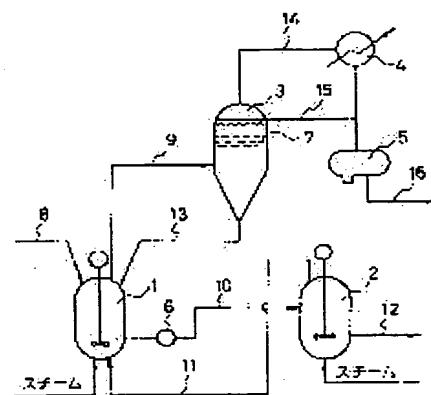
(72)Inventor : TACHIBANA MASAMI
MORI AKIRA

(54) PROCESS FOR RECOVERING SOLVENT BY STEAM STRIPPING

(57)Abstract:

PURPOSE: To contrive energy saving, by blowing effluent gas from the subsequent stage into the preceding stage to recover the effluent gas of the initial gas by cooling when solvent is recovered from slurry containing polymers by a multistage countercurrent stripping using a tank.

CONSTITUTION: Slurry is fed through a pipe 8 into a tank 1 where steam is blown into. Solvent is purged through a pipe 9 to a plate column 3 and further condensed in a condenser 4 to be recovered, while the recovered solvent is received by a receiver 5. Part of the recovered solvent is returned through a pipe 15 to the plate column 3, contacted with effluent gas from the tank 1, where impurities and water in the effluent gas are removed, and returned to the tank 1 through a pipe 13. Slurry in the tank 1 is withdrawn by a pump 6 and sent to a tank 2 through a pipe 10, where steam is blown into to keep said tank 2 at a temperature higher than that of the tank 1, while the solvent is returned to the tank 1 through a pipe 11.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-97601

⑬ Int.Cl.⁴

B 01 D 3/38
C 08 F 6/00

識別記号

MFK

庁内整理番号

8215-4D
7167-4J

⑭ 公開 昭和62年(1987)5月7日

審査請求 有 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 スチームストリッピングによる溶媒回収方法

⑯ 特 願 昭60-234873

⑰ 出 願 昭60(1985)10月21日

⑱ 発 明 者 橋 正 躬 市原市根田698番地の2
⑱ 発 明 者 森 章 市原市島野1678番地
⑲ 出 願 人 ティッソ株式会社 大阪市北区中之島3丁目6番32号
⑳ 代 理 人 弁理士 佐々井 弥太郎 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

スチームストリッピングによる溶媒回収方法

2. 特許請求の範囲

(1) スチームストリッピングにより、重合体、溶媒及び高沸点不純物を含むスラリー又は溶液から前記溶媒を連続的に取出し回収する際に、スチームストリッピングをタンクを用いる多段向流で行ない、後段の留出ガスを順次前段に吹込み、初段の留出ガスを棚段塔又は充填塔を通した後コンデンサーで冷却して回収し、重合体、水及び高沸点不純物を含むスラリーを前記タンクの最後段から抜き出すことを特徴とする前記溶媒の回収方法。

(2) 前記高沸点不純物が水と共沸混合物を作るものであることを特徴とする第1項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は重合体、溶媒及び高沸点不純物を含むスラリー又は溶液から溶媒を回収する方法に関する。

重合体を含むスラリー又は溶液から溶媒を回収する方法は数多くあり、該溶液にスチームを吹込んでスチームストリッピングにより溶媒を回収する方法は広く行なわれている。溶媒の収率を良くするため複数のタンクを用いて多段で行なり事や、エネルギー効率を良くする為後段の留出ガスを順次前段に吹込む手法も良く知られている。

しかしながら、これら従来法では留出溶媒は多くの水と共にしばしば水と共沸混合物を作る高沸点の不純物(多くの場合b.p.>100℃)を含んでいる。このため純度の良い溶媒を得る為には、水切り後、高沸点不純物カットの精留、低沸点不純物カットの精留と2段の精留を行なり必要がある。これには非常に大きなエネルギーを要し、設備費用も高く、溶媒精製のコスト高をもたらししている。

スチームストリッピングには種々の方法があり、溶媒回収効率向上、熱効率向上や運転管理上の工夫がなされているが基本的には次の様に

分類される。

(1) バッチ1段ストリップング

この方法は実験室等小規模処理に向いているが工業的大規模の処理には向かない。

(2) 連続1段ストリップング

この方法は装置は単純で運転管理等容易であるが、熱効率や溶媒回収率は他より劣る。

(3) 塔式向流ストリップング

この方法は高い塔状のストリップング装置で熱効率や、溶媒回収率は良いが、重合体を含むスラリーや溶液を処理する場合には該スラリー中の重合体や該溶液からしばしば折出して来る固形重合体によりトレーの目詰まり等のトラブルが生じるため処理対象物に制約がある。

(4) 多段並流ストリップング

この方法は溶媒回収率は良いが、後段温度が高く回収溶媒中への不純物の留出量も多い。

(5) タンクによる多段向流ストリップング

この方法は溶媒回収率も良く、熱効率も良い。

又は溶液から前記溶媒を連続的に取出し回収する際に、スチームストリップングをタンクを用いる多段向流で行ない、後段の留出ガスを順次前段に吹込み、初段の留出ガスを精留塔又は充填塔を通した後コンデンサーで冷却して回収し、前記重合体、水及び高沸点不純物を含むスラリー又は溶液を前記タンクの最後段から抜き出す前記溶媒の回収方法である。

前記精留塔(又は充填塔)の段数は15段(15段相当)でよく、高沸点不純物と水との組合わせによつては5段(5段相当)以下でも高沸点不純物と水との共沸混合物を除去することができる。

本発明によつて回収可能な溶媒は、沸点又は水との共沸点が100℃以下、好ましくは90℃以下であれば特に限定されるものではないが、例をあげれば、ペンタン、ヘキサン等の脂肪族炭化水素、メチルシクロペンタン、シクロヘキサン等の脂環式炭化水素、ベンゼン等の芳香族炭化水素等がある。

水と共沸混合物を作る不純物の留出について見れば、(3)、(5)は最終的にコンデンサーへ送るガス温度を低くすることが出来るため、回収溶媒に持ち込まれる高沸点の不純物量は最も少ない。しかし、(5)の手法において1段目のストリップング温度を低くしても、水と共沸混合物を作る高沸点不純物の留出を抑えるには限度があり、回収溶媒において重合体に用いる溶媒中の不純物量としては多すぎる欠点がある。

本発明は、以上の問題点を改善しスチームストリップング工程の工夫により回収溶媒中への水の留出を抑え、^(しばしば)水と共沸混合物を作つて留出して来る高沸点不純物の留出を抑える事により、後工程の前記回収溶媒からの高沸点不純物除去のための精留を不要とし、大巾な省エネルギーと溶媒コストダウンを達成し、かつ装置の安定性、汎用性の優れた方法を提供することを目的とする。

本発明は、スチームストリップングにより、重合体、溶媒及び高沸点不純物を含むスラリー

本発明は、高沸点不純物のうち特に水と共沸混合物を作るものに有効である。水と共沸混合物を作るが、除去可能な高沸点不純物は、大多数が100℃以上であり、その共沸点は溶媒の沸点よりも高い必要があり、その温度差は5℃以上ある事が好ましい。

この様な高沸点不純物は極めて多く、特に限定されるものではないが、例としてブチルアルコール、アミルアルコール、ヘキシルアルコール等のアルコール類、ブチルエーテル、アミルエーテル、ジソアミルエーテル、オクタールエーテル等のエーテル類、ブチルプロピオネート、エチルカプリレート、エチルベンゾエート、メチルパラートルエート、ブチルベンゾエート、エチルパラアニセート等のエステル類、ジブチルアミン、エチルヘキシルアミン、ヘキシルアミン、エチルシクロヘキシルアミン、エチルアニリン、コリジン等のアミン類、クロロデカン、クロロトルエン、1-ブプロモ-2-エチルヘキサン等のハロゲン化物等をあげることができる。

本発明における重合体としては、オレフィン重合体、オレフィン共重合体及び合成ゴム等があり、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等のポリオレフィンやこれらのコポリマー及びEPBR、EPDM、イソブレンゴム、ブチルゴム、SBR等の合成ゴムで熱溶媒に溶解可能な比較的分子量の低いものがある。本発明における重合体は原料混合物中に全部が溶解してもよいが、ポリマー粒子を含んでいてもよい。

又、分散剤を用いてあつても良く、使用される分散剤としては、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、アニオン性界面活性剤等一般に用いられているもので特に制限はなく、単独で使用しても組合せても使用したものであつてもよい。

次に図面によつて本発明プロセスの1例を説明する。

第1図において本装置によつて処理される溶媒、重合体及び高沸点不純物を含んだ溶液又はスラリーは導管8よりタンク1へ連続的に投入さ

れる。タンク1にはスチームが吹込まれ、溶媒が追い出されて、導管9により、棚段塔(又は充填塔)3に導びかれる。棚段塔では、コンデンサー4で凝縮した回収溶媒^(は)レシーバー5に受け入れられるが、その1部は途中で導管5によりもどして塔3を流下させ、タンク1の留出ガスと接触させて該留出ガス中の不純物及び水を除去する。この不純物、水及び溶媒の1部は導管13を経てタンク1にもどされる。回収された溶媒は、導管16を経て回収タンクや低沸点不純物除去等のための次工程へ送られる。

タンク1から重合体及び高沸点不純物を含んだ溶液又はスラリーはポンプ6で抜き出され、導管10を経てタンク2へ送られる。タンク2では、スチームが吹込まれ、タンク1より高い温度に保たれ、溶媒はほぼ完全に除去される。スチームと溶媒蒸気の混合ガスは導管11により、タンク1にもどされ、液層に吹込まれる。溶媒を除去した水、ポリマー、高沸点不純物、分散剤等からなるスラリーは導管12によりタ

ンク2より抜き出し、ポリマー分離等の次工程に送られる。

本発明の第1の利点は、水と共沸混合物を作る高沸点不純物を除去する事ができることである。通常のスチームストリップング装置では、これは不可能な事であり、高沸点不純物除去のための精留塔が更に用いられている。本装置では、この高沸点除去精留塔が不要となるため、大巾な設備費削減、ランニングコスト削減をもたらす。

本発明の第2の利点は、スチームストリップングをタンクを用いる多段で行なつているため溶媒の回収効率が良い点である。

本発明の第3の利点は、スチームストリップングをタンクを用いる多段で行なつており、後段のより高温のガスは、前段のタンクに吹込まれるため熱が有効に利用されており、この装置そのものも、エネルギー消費が少ない。

本発明の第4の利点は、棚段塔(又は充填塔)3にて高沸点不純物と共に、水もほとんど除去

されるので、レシーバー5での水の貯りが極めて少ない事であり、通常用いられるシーケンスによるレシーバー5のレベルコントロールが不要な事である。

実施例1

第1図に示した装置を用いてn-ヘキサン99重量%、アタクチックポリプロピレン1%、アミルエーテル0.10%の混合液を調整し、これを第1ストリップバーに12g/hrの速度で連続フィードした。タンク1にスチームを吹込み70~75℃に保つて溶媒を追い出し、7段の棚段塔へ導いた。タンク1^(の)母液はポンプで抜き出しタンク2へ連続的に送った。タンク2へスチームを吹込んで85~90℃を保ち、留出ガスをタンク1へもどして液相へ供給した。棚段塔の留出ガスは、コンデンサー5で冷却し、1部を棚段塔にもどし、1部をレシーバーに回収した。還流比は0.5を保つた。タンク2からの抜き出しはレベルを見ながら断続的に実施した。タンク1及びタンク2は、保温の為ヒーターに

よる補助加熱を実施した。タンク1、タンク2は、ノゾキ型付縦長の30ℓ SUS容器を用い、攪拌翼は傾斜ファンタービン翼とタービン翼を組み合わせて用いた。

実施例2

実施例1において溶媒をn-ヘキサンに代えシクロヘキサン、水と共沸混合物を作る高沸点不純物をアミルエーテルの代りにエチルベンゾエートとし、タンク1及びタンク2の温度をそれぞれ80～85℃、90～95℃に保ち、精製塔を5段相当のラシヒリング充填塔とする以外は実施例1と同様の実験をした。

比較例1

実施例1において、精製塔を用いず、タンク1からの留出ガスを直接コンデンサーにかけ、全量回収する以外は、実施例1と同様の実験をした。

比較例2

比較例1において、タンク2からの留出蒸気をタンク1に返さずに、タンク1からの留出蒸

気と共にコンデンサーにかけて回収すること以外は、比較例1と同様の実験をした。

以上のテスト結果を第1表に示す。

第1表

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
フィード液				
ヘキサン又はシクロヘキサン	99%	99%	99%	99%
アミルエーテル	0.10%	—	0.10%	0.10%
エチルベンゾエート	—	0.20%	—	—
アタクチックポリプロピレン	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%
回収溶媒				
ヘキサン又はシクロヘキサン	>99%	>99%	>99%	>99%
アミルエーテル	10ppm	—	180ppm	930ppm
エチルベンゾエート	—	3ppm	—	—
アタクチックポリプロピレン	<1ppm	<1ppm	<1ppm	<1ppm

実施例3

実施例1に於て、フィード液中のアタクチックポリプロピレンを3.0%、アミルエーテルの代りにn-ブチルエーテルを0.2%とする以外は、実施例1と同様の実験をした。

実施例4

実施例3に於て、フィード液中の高沸点不純物としてジソアミルエーテルを0.03%とし、これにp-トルイル酸メチルを加え、p-トルイル酸メチルの濃度を0.3%としたこと以外は実施例3と同様の実験をした。

実施例5

実施例3において、フィード液中の高沸点不純物としてn-ブチルエーテルを0.002%とし、さらにp-アニス酸メチルを加えp-アニス酸メチルの濃度を0.05%とする以外は実施例4と同様の実験をした。

実施例6

実施例1に於て、フィード液中のアタクチックポリプロピレンを5.0%、アミルエーテルの

代りにオクチルエーテル0.01%、エチルヘキシルアミン0.003%及びクロロデカン0.01%とする以外は実施例1と同様の実験をした。

実施例3～6によつて得られた溶媒中の高沸点不純物の濃度を第2表に示す。

第2表

	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6
ジソアミルエーテル	—	2ppm	—	—
n-ブチルエーテル	18ppm	—	2ppm	—
オクチルエーテル	—	—	—	<1ppm
p-トルイル酸メチル	—	1ppm	—	—
p-アニス酸メチル	—	—	<1ppm	—
エチルヘキシルアミン	—	—	—	<1ppm
クロロデカン	—	—	—	2ppm
アタクチックポリプロピレン	<1ppm	<1ppm	<1ppm	<1ppm

4. 図面の簡単な説明

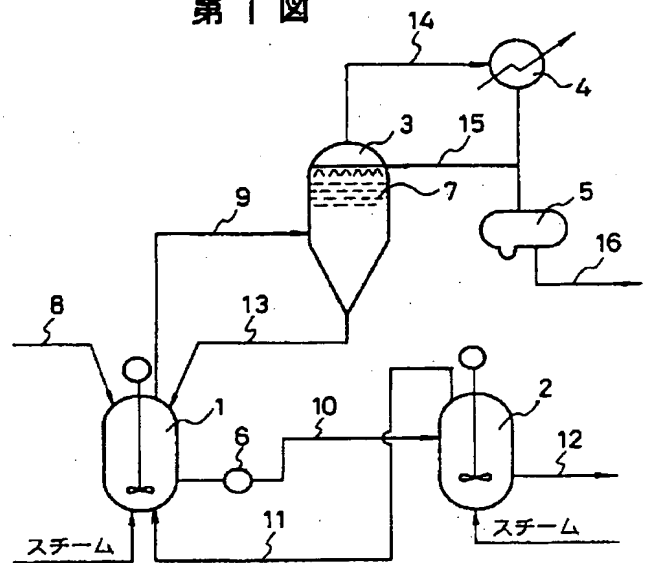
第1図は、本発明を実施するための装置の1例のフローシートを示したものである。

図中1、2はタンク、3は銅鼓塔(又は充填塔)、4はコンデンサー、5はレシーバーを表わす。

以 上

特許出願人 テック株式会社
代理人 井梨士 佐々井 彌太郎
同 上 野 中 克 彦

第1図



THIS PAGE BLANK (USPTO)